

Silver and mercury recovery - from cod test solns. by amalgamation on copper**Patent Assignee:** KRAFT B**Inventors:** KRAFT B**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
DE 3812501	A	19890720	DE 3812501	A	19880415	198930	B
DE 3812501	C	19921119	DE 3812501	A	19880415	199247	

Priority Applications (Number Kind Date): DE 3800485 A (19880111); DE 3812501 A (19880415)**Patent Details**

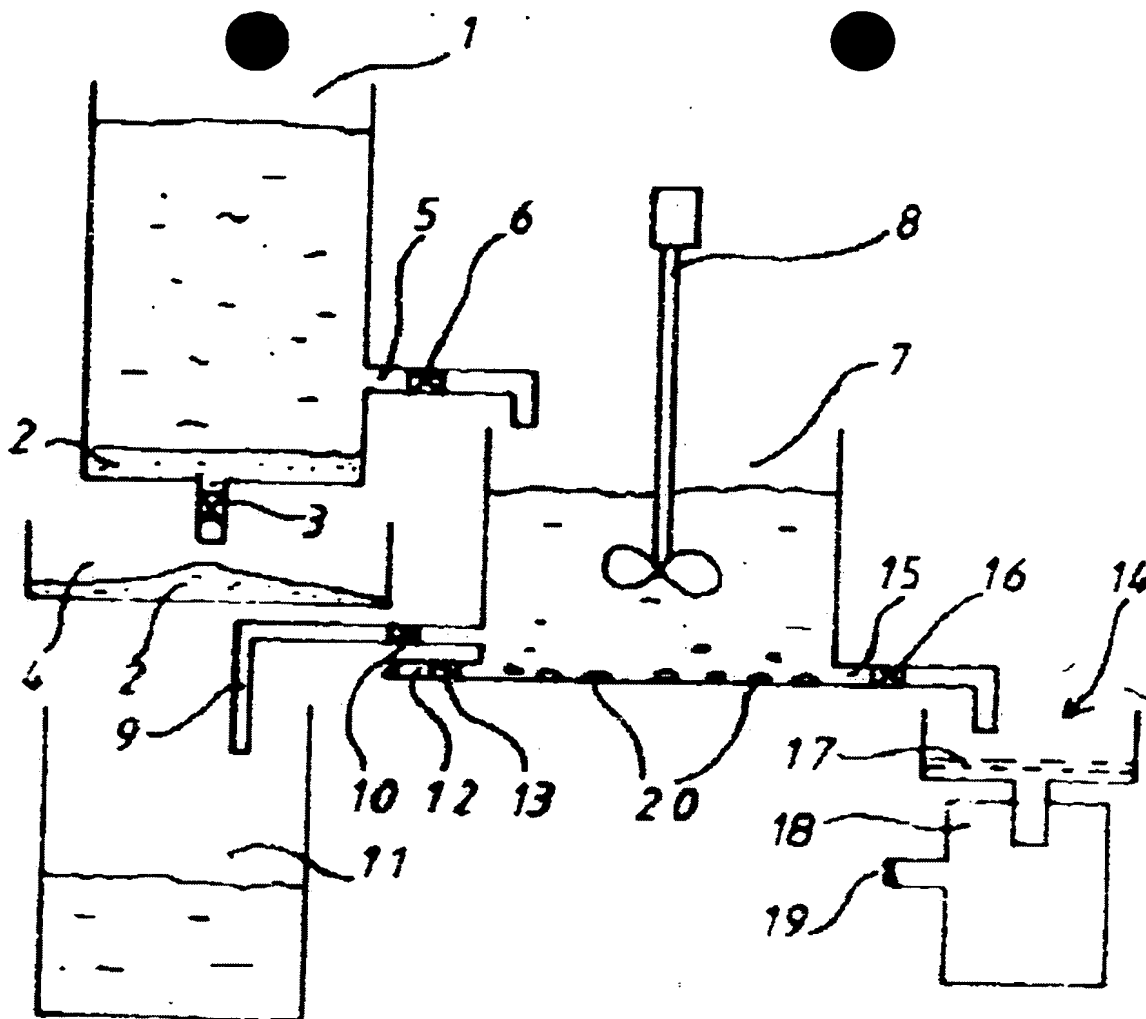
Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
DE 3812501	A		9		
DE 3812501	C		8	C22B-003/00	

Abstract:

DE 3812501 A

Silver and mercury are deposited and recovered from titrated strong sulphuric acid solns. from chemical oxygen demand deter-minations by adding comminuted copper metal onto which the Ag and Hg deposit as an amalgam. The Cu-Ag amalgam is then removed from the soln. and treated to recover Ag, Hg and the Cu metal.

Appts. for carrying out the process includes a settling vessel (1) for the titrated strong sulphuric acid solns., a reaction vess-el (7) or column which receives the solns. after their dwell in the settling vessel and which is supplied with the comminuted copper, etc.



Derwent World Patents Index
© 2005 Derwent Information Ltd. All rights reserved.
Dialog® File Number 351 Accession Number 7948894

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 38 12 501 A 1**

⑤① Int. Cl. 4:
C 22 B 3/00
A 82 D 3/00
G 01 N 33/18

⑳ Aktenzeichen: P 38 12 501.3
㉔ Anmeldetag: 15. 4. 88
㉕ Offenlegungstag: 20. 7. 89

DE 38 12 501 A 1

③① Innere Priorität: ③② ③③ ③①
11.01.88 DE 38 00 485.2

⑦① Anmelder:
Kraft, Bernd, 4330 Mülheim, DE

⑦④ Vertreter:
Kiefer, W., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 4100 Duisburg

⑦② Erfinder:
gleich Anmelder

⑤④ Verfahren und Vorrichtung zum Abscheiden und Rückgewinnen von Silber und Quecksilber aus austitrierten stark schwefelsauren Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmung

Das Verfahren zum Abscheiden und Rückgewinnen von Silber und Quecksilber aus austitrierten stark schwefelsauren Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmung erfolgt in der Weise, daß den austitrierten stark schwefelsauren Lösungen zerkleinertes Kupfermetall zugesetzt wird, das in Lösung befindliche Silber und Quecksilber als Amalgam auf dem zerkleinerten Kupfermetall abgeschieden werden. Das Kupfer-Silber-Amalgam wird gewaschen und getrocknet. Das Quecksilber wird durch Destillation und das Silber durch metallurgische Abtrennung zurückgewonnen. Die Vorrichtung weist einen Absetzbehälter für die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen, mindestens einen Reaktionsbehälter und/oder mindestens eine Reaktionssäule, sowie eine dem Reaktionsbehälter (Reaktionssäule) nachgeordnete Filtereinrichtung zum Trocknen des Kupfer-Silber-Amalgams auf.

DE 38 12 501 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abscheiden und Rückgewinnen von Silber und Quecksilber aus austitrierten, stark schwefelsauren Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmung, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Für das Einleiten von Abwässern der chemischen Industrie, der Hüttenindustrie, Papierfabriken, auch von Kleinbetrieben, sowie von kommunalen Betrieben, wie zum Beispiel von Schlachthöfen und Molkereien, in Flüsse und Kläranlagen sind gesetzliche Auflagen einzuhalten, damit die Belastung durch diese Abwässer vorgeschriebene Grenzwerte nicht überschreitet, die Regenerationsfähigkeit der Flüsse und natürlichen Gewässer erhalten bleibt und die Funktionsfähigkeit der Kläranlagen sichergestellt ist.

Das Einleiten von Abwässern ist gemäß DIN 38 409 durch chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmungen — allgemein als CSB-Bestimmungen bezeichnet — zu überwachen. Mit diesen CSB-Bestimmungen wird der chemische Sauerstoffbedarf der Abwässer bestimmt, der eine Maßzahl für die Wasserqualität der Abwässer ist. Je niedriger der Sauerstoffbedarf ist, umso besser ist die Güte bzw. Wasserqualität der Abwässer. Insbesondere wird durch die CSB-Bestimmungen die Abgabe der Wassereinleiter an die Verbände, die diese Abwässer aufbereiten, festgelegt.

Bei der Durchführung der chemischen Sauerstoff-Bedarfsbestimmungen wird konzentrierte Schwefelsäure — also stark schwefelsaure Lösung — verwendet, der Ag_2SO_4 und $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, mit 80 Gramm HgSO_4 pro Liter versetzt, zugegeben sind. Mit diesem Gemisch werden Proben der Abwässer zur Bestimmung des Sauerstoffbedarfs gekocht, abgekühlt und anschließend titriert.

Beim Erhitzen der Proben werden die organischen Bestandteile oxidiert, wodurch das $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ zu $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ reduziert wird.

Das HgSO_4 sorgt dafür, daß stets vorhandene anorganische Substanzen, insbesondere Chloride, nicht oxidiert werden.

Das Ag_2SO_4 wirkt als Katalysator, das die Oxidation beschleunigt.

Das Entsorgen dieser austitrierten Lösungen bringt jedoch erhebliche Probleme mit sich. So enthalten diese Lösungen durch das Ausspülen der Reaktionsgefäße mit Wasser 25 bis 35 Gewichtsprozent Schwefelsäure. Sie sind im üblichen Sinne als konzentrierte Schwefelsäuren zu bezeichnen. Das Problem besteht jedoch vor allem darin, daß das in den austitrierten Lösungen befindliche Silber und Quecksilber starke Umweltgifte sind.

Bisher wurde das Entsorgen weitgehend in der Weise durchgeführt, daß die austitrierten Lösungen über Austauscherharze geleitet und die mit den Metallen belasteten Austauscherharze auf Sondermülldeponien abgelagert wurden.

Die Erfindung geht davon aus, daß dieses Entsorgen keine befriedigende Lösung ist, da diese Metalle wirtschaftlich sehr wertvoll sind und in Sondermülldeponien ein erhebliches Umweltisiko darstellen.

Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Abscheiden und Rückgewinnen von Silber und Quecksilber aus austitrierten stark schwefelsauren Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmung zu schaffen.

Ihr liegt die weitere Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zu schaffen.

Die erste Aufgabe wird erfindungsgemäß gemäß einem ersten Lösungsprinzip dadurch gelöst, daß den austitrierten Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmung zerkleinertes Kupfermetall zugesetzt wird, das in Lösung befindliche Silber und Quecksilber als Amalgam auf dem zerkleinerten Kupfermetall abgeschieden werden, das Kupfer-Silber-Amalgam aus den stark sauren Lösungen entfernt und unter Rückgewinnung des Silbers und des Quecksilbers zu Kupfermetall umgesetzt wird.

Es zeigte sich nämlich überraschenderweise, daß in konzentrierten schwefelsauren Lösungen Kupfermetall von Quecksilber amalgamiert wird, wobei Silber aus den Lösungen mit abgeschieden wird.

Zur Bestimmung der zuzusetzenden Kupfermengen könnte prinzipiell der Gehalt an Silber und Quecksilber durch Titrieren bestimmt werden. Dies ist jedoch für die Praxis zu langwierig und zu aufwendig.

Die Bestimmung erfolgt deshalb in der Weise, daß mit einer Spindel die Dichte der stark schwefelsauren Lösungen bestimmt werden und dann anhand von Erfahrungswerten für diese Lösungen die zuzusetzenden Mengen an Kupfer festgesetzt werden.

Es zeigte sich in der Praxis, daß hierdurch eine hinreichend genaue Bestimmung gegeben ist.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird das Kupfermetall vor dem Zusetzen zu den austitrierten Lösungen auf eine Korngröße $< 0,5$ mm zerkleinert.

Das Kupfer-Silber-Amalgam wird erhitzt, dabei wird Quecksilber durch Destillation gewonnen, während das Silber durch metallurgische Abtrennung zurückgewonnen wird.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird das Amalgamieren bei Umgebungstemperaturen von etwa 5°C bis 35°C durchgeführt.

Es zeigte sich weiterhin überraschenderweise, daß nach maximal fünf Stunden das Amalgamieren beendet ist.

Erfindungsgemäß wird deshalb das Amalgamieren nach maximal fünf Stunden beendet.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird das Amalgamieren in mehreren Stufen durchgeführt, wobei die zuzuführende Menge an Kupfermetall in mehrere Chargen unterteilt wird und die einzelnen Chargen zeitabhängig zugeführt werden. Durch diese Maßnahmen wird erreicht, daß die Abscheidung in sehr kurzer Zeit erfolgt, so daß wenig Kupfer in Lösung geht.

Um die quantitative Abscheidung des Kupfer-Silber-Amalgams sicher zu gewährleisten, wird in einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung nach dem Ablauf von diesen fünf Stunden weiteres zerkleinertes Kupfermetall nachdosiert.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung erfolgt das Amalgamieren unter Durchmischen, so daß die Amalgamierungsprozesse schneller ablaufen.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung erfolgt das Amalgamieren unter Durchmischen in zwei Stufen, wobei nach dem Amalgamieren in der ersten Stufe, das beispielsweise in einem ersten Reaktionsbehälter nach einer vorgegebenen Zeit abgebrochen und dann in einem zweiten Reaktionsbehälter zu Ende geführt wird.

Gemäß einem zweiten Lösungsprinzip erfolgt das Amalgamieren unter Durchströmen von geschüttetem zerkleinertem Kupfer. Es zeigte sich, daß durch diese Maßnahmen ebenfalls überraschende Ergebnisse erzielt werden.

In einer noch weiteren Ausgestaltung dieses zweiten Lösungsprinzips erfolgt das Amalgamieren unter

Durchströmen von geschüttetem zerkleinertem Kupfer ebenfalls in mindestens zwei Stufen.

In einer noch weiteren Ausgestaltung der Erfindung erfolgt das Amalgamieren erfindungsgemäß durch Kombination des ersten und des zweiten Lösungsprinzips in der Weise, daß das Amalgamieren unter Durchmischen und dann unter Durchströmen von zerkleinertem Kupfer erfolgt.

Es zeigte sich daß durch diese Maßnahmen, die verbleibende Restkonzentration des Quecksilber an der unteren Nachweisgrenze der Analysengeräte liegt, so daß für die Praxis von einem völligen Entfernen des Quecksilbers gesprochen werden kann.

In Abwandlung diese erfindungsgemäßen Kombinationsverfahrens erfolgt erfindungsgemäß das Amalgamieren unter Durchströmen von zerkleinertem Kupfer und dann unter Durchmischen.

Die Aufgabe eine Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach dem ersten Lösungsprinzip zu schaffen wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Vorrichtung einen Absetzbehälter für die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen, einen Reaktionsbehälter für die stark schwefelsauren Lösungen nach ihrem Verweilen im Absetzbehälter und für das Zuführen des zerkleinerten Kupfermetalls und eine dem Reaktionsbehälter nachgeordnete Filtereinrichtung zum Trocknen des Kupfer-Silber-Amalgams aufweist.

Im Absetzbehälter werden zunächst die Schwebstoffe, Verunreinigungen, organische Reste und dergleichen zum Absetzen gebracht und dann die von ihnen befreiten stark schwefelsauren Lösungen in vorgegebenen Mengen dem Reaktionsbehälter zugeführt. Im Reaktionsbehälter wird mit einer Spindel die Dichte der in ihm befindlichen stark schwefelsauren Lösung bestimmt und aus der Menge und der Dichte erfahrungsgemäß die erforderliche Menge an zuzufügendem zerkleinerten Kupfermetall für das Amalgamieren bestimmt.

Nach dem Amalgamieren werden die im Reaktionsbehälter befindlichen stark schwefelsauren Lösungen in einen Sammelbehälter abfließen lassen, das Kupfer-Silber-Amalgam wird gewaschen und getrocknet und anschließend zur Rückgewinnung des Quecksilbers erhitzt. Die Rückgewinnung des Silbers erfolgt metallurgisch Erfindungsgemäß weist der Reaktionsbehälter eine Abflußleitung für die stark schwefelsauren Lösungen nach dem Amalgamieren und eine Wasserzuflußleitung zum Waschen des Kupfer-Silber-Amalgams auf.

In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist zwischen dem Reaktionsbehälter und der Filtereinrichtung eine Transportleitung mit einem Absperrventil für das gewaschene Kupfer-Silber-Amalgam angeordnet.

Über diese Transportleitung wird das Kupfer-Silber-Amalgam nach dem Waschen mit Wasser in die Filtereinrichtung gespült.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist die Vorrichtung mindestens einen weiteren Reaktionsbehälter auf, dessen Zufluß mit dem Verweilbehälter und dessen Abfluß mit dem bereits vorhandenen Reaktionsbehälter verbunden ist.

Die Aufgabe eine Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach dem zweiten Lösungsprinzip zu schaffen wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, die Vorrichtung einen Absetzbehälter für die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen, eine Reaktionssäule für die stark schwefelsauren Lösungen nach ihrem Verweilen im Absetzbehälter und für das Zuführen des zerkleinerten Kupfermetalls und eine der Reaktionssäule nachge-

ordnete Filtereinrichtung zum Trocknen des Kupfer-Silber-Amalgams aufweist.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist die Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach dem zweiten Lösungsprinzip mindestens eine zweite Reaktionssäule auf, deren Zufluß mit dem Absetzbehälter und deren Abfluß mit der bereits vorhandenen Reaktionssäule verbunden ist. Durch diese Maßnahmen wird erreicht, daß die Vorrichtung kontinuierlich, die Reaktionssäulen diskontinuierlich betrieben werden können.

In einer weiteren Ausgestaltung der Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach dem ersten Lösungsprinzip weist die Vorrichtung eine Reaktionssäule auf, deren Zufluß mit dem Absetzbehälter und dessen Abfluß mit dem Reaktionsbehälter verbunden ist.

In einer weiteren Ausgestaltung der Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach dem zweiten Lösungsprinzip weist die Vorrichtung einen Reaktionsbehälter auf, dessen Zufluß mit dem Absetzbehälter und dessen Abfluß mit der Reaktionssäule verbunden ist.

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist die Reaktionssäule ein Rohr auf, wobei das Rohr mit Glaswolle locker gefüllt ist und das zerkleinerte Kupfer in der Glaswolle eingebettet ist. Durch diese Maßnahmen wird eine möglichst große Kontaktfläche des zerkleinerten Kupfers mit der Lösung geschaffen und der Strömungswiderstand der Reaktionssäule entscheidend herabgesetzt.

Erfindungsgemäß besteht das Rohr aus durchsichtigem Material zum Beispiel Niederdruck-Polyethylen, so daß eine visuelle Beobachtung möglich ist.

In einer noch weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist die Reaktionssäule im Bodenbereich einen Schieber auf, so daß ohne weiteres das Quecksilber-silber-Amalgam aus der Reaktionssäule entfernt und erneut zerkleinertes Kupfer nach Schließen des Schiebers über die die durch einen Deckel verschließbare obere Öffnung des Rohres zugeführt werden kann.

Die Erfindung ist in der Zeichnung anhand von Ausführungsbeispielen erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 in schematischer Darstellung ein Ausführungsbeispiel mit einem Reaktionsbehälter,

Fig. 2 in schematischer Darstellung ein Ausführungsbeispiel mit einer Reaktionssäule,

Fig. 3 in schematischer Darstellung ein Ausführungsbeispiel mit einem Reaktionsbehälter und einer Reaktionssäule,

Fig. 4a bis 4d schematisch Ausführungsbeispiele zur Durchführung des zweistufigen Verfahrens mit mindestens einem Reaktionsbehälter bzw. mindestens einer Reaktionssäule.

In den Figuren sind gleiche Teile mit gleichen Bezugszeichen bezeichnet.

In Fig. 1 ist mit 1 ein Absetzbehälter für die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen bezeichnet, in dessen Bodenbereich sich die organischen Schwebstoffe und dergleichen als Schlamm 2 absetzen.

Dieser Schlamm wird über das Sperrventil 3 dem Auffangbehälter 4 zugeführt und kann ohne weiteres deponiert werden.

Die von den Schwebstoffen befreiten austitrierten stark sauren Lösungen werden in dosierten Mengen über die Abflußleitung 5, die das Sperrventil 6 aufweist, dem Reaktionsbehälter 7 zugeführt.

Durch Ausspindeln der im Reaktionsbehälter befindlichen Menge wird die Dichte bestimmt, aus der Dichte

und der Menge der austitrierten stark sauren Lösung die Menge des aus einem nicht dargestellten Vorratsbehälter zuzuführenden zerkleinerten Kupfermetalls.

In den Reaktionsbehälter taucht ein Rührwerk 8 zum Durchmischen des Behälterinhalts ein.

Der Reaktionsbehälter weist eine Abflußleitung 9 mit einem Sperrventil 10 auf, über das nach dem Amalgamieren die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen in den Auffangbehälter 11 abgelassen werden.

Der Reaktionsbehälter weist weiterhin eine Wasserzuflußleitung 12 mit einem Sperrventil 13 auf, über das nach dem Ablassen der stark schwefelsauren Lösung nach dem Amalgamieren das Kupfer-Silber-Amalgam 20 gewaschen wird, wobei das Waschwasser dem Auffangbehälter 11 zugeführt wird.

Dem Reaktionsbehälter ist eine Filtereinrichtung 14 nachgeordnet, der das gewaschene Kupfer-Silber-Amalgam zugeführt wird. Zu diesem Zwecke weist der Reaktionsbehälter eine zur Filtereinrichtung führende Transportleitung 15 mit einem Absperrventil 16 auf.

Das gewaschene Kupfer-Silber-Amalgam wird bei geöffneten Sperrventilen 13 und 16 auf das Filter der Filtereinrichtung gespült.

Unterhalb des Filters 17 ist ein Sammelgefäß 18 für Wasser angeordnet, das vakuumdicht mit dem Filter verbunden ist. Es weist einen Anschluß 19 für eine nicht dargestellte Vakuumeinrichtung auf, die im einfachsten Fall eine Wasserstrahlpumpe ist.

Aus dem getrockneten Kupfer-Silber-Amalgam werden das Silber und das Quecksilber zurückgewonnen.

Das Ausführungsbeispiel der Fig. 2 unterscheidet sich von demjenigen der Fig. 1 dadurch, daß an die Stelle des Reaktionsbehälters eine Reaktionssäule 21 tritt, die kontinuierlich von der aus der Zuflußleitung 5 austretenden stark schwefelsauren Lösung durchströmt wird, die über das Ventil 10 und die Leitung in den Auffangbehälter 11 weiter strömt.

Anstelle des kontinuierlichen Betriebs kann auch ein diskontinuierlicher Betrieb treten, indem nach vorgegebenen Zeitintervallen die Ventile 6 und 10 gleichzeitig für eine vorgegebene Zeit in Offenstellung gebracht werden.

Entsprechend ist es möglich, mehrere Reaktionssäulen parallel zu schalten und sie einzeln zwar diskontinuierlich zu betreiben, jedoch in der Weise, daß über die Leitung 9 kontinuierlich Lösung abfließt.

Die Reaktionssäule weist locker geschichtete Glaswolle 22 auf, in der das zerkleinerte Kupfer verteilt ist. Sie besteht aus einem durchsichtigem Kunststoffmaterial zum Beispiel Niederdruck-Polyethylen.

Durch diese Maßnahme wird erreicht, daß die einzelnen Kupferpartikel möglichst allseitig mit der Lösung in Kontakt treten. Weiterhin ist hierdurch der Strömungswiderstand erheblich kleiner als bei in der Reaktionssäule geschüttetem zerkleinertem Kupfer.

Die Reaktionssäule weist im Bodenbereich einen Schieber 23 auf, über den das gewaschene Kupfer-Silber-Amalgam der Filtereinrichtung 14 zugeführt wird.

Die Funktionsweise der Vorrichtung nach Fig. 2 stimmt abgesehen von der diskontinuierlich bzw. kontinuierlich durchströmten Reaktionssäule mit der Funktionsweise der Fig. 1 überein.

Die Fig. 3 zeigt ein Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung mit einem Reaktionsbehälter 7 und einer Reaktionssäule 21, die dem Reaktionsbehälter nachgeordnet ist.

Die Arbeitsweise der Vorrichtung in Fig. 3 entspricht zunächst derjenigen in Fig. 1. Sobald die Verweilzeit der

stark sauren Lösung im Reaktionsbehälter erreicht ist, wird das Ventil 10 geöffnet und die Lösung durchströmt bevor sie den Auffangbehälter 11 erreicht die Reaktionssäule 21. Die Funktionsweise der Vorrichtung in Fig. 3 entspricht somit der kombinierten Funktionsweise der Vorrichtungen in Fig. 1 und in Fig. 2.

Die Fig. 4a bis 4c zeigen die Kombinationsmöglichkeiten eines Reaktionsbehälters 7 und einer Reaktionssäule 21 in schematischer Darstellung.

Die Fig. 4b ist das Blockschaltbild der Fig. 3. Die Funktionsweise und die Einzelheiten der Vorrichtungen nach den Fig. 4a, 4c und 4d ergeben sich ohne weiteres aus den Ausführungsbeispielen der Fig. 1, 2 und 3 und ihrer Beschreibung.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abscheiden und Rückgewinnen von Silber und Quecksilber aus austitrierten stark schwefelsauren Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfsbestimmung, dadurch gekennzeichnet, daß den austitrierten stark schwefelsauren Lösungen für die chemische Sauerstoff-Bedarfs-Bestimmung zerkleinertes Kupfermetall zugesetzt wird, das in Lösung befindliche Silber und Quecksilber als Amalgam auf dem zerkleinerten Kupfermetall abgeschieden werden, das Kupfer-Silber-Amalgam aus den stark schwefelsauren Lösungen entfernt und unter Rückgewinnung des Silbers und des Quecksilbers zu Kupfermetall umgesetzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Kupfer-Silber-Amalgam gewaschen und getrocknet wird, das Quecksilber durch Destillation und das Silber durch metallurgische Abtrennung zurückgewonnen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Kupfermetall vor dem Zusetzen zu den austitrierten Lösungen auf eine Korngröße 0,5 mm zerkleinert wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren bei Umgebungstemperaturen von etwa 5°C bis 35°C durchgeführt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren in maximal fünf Stunden durchgeführt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren in mehreren Stufen durchgeführt wird, die zuzuführende Menge an Kupfermetall in mehrere Chargen unterteilt wird und die einzelnen Chargen zeitabhängig zugeführt werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Amalgamieren weiteres zerkleinertes Kupfermetall nachdosiert wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren unter Durchmischen erfolgt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren unter Durchmischen in mindestens zwei Stufen erfolgt.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren unter Durchströmen von geschüttetem zerkleinertem Kupfer erfolgt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7,

dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren unter Durchströmen von geschüttetem zerkleinertem Kupfer in mindestens zwei Stufen erfolgt.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren unter Durchmischen und dann unter Durchströmen von zerkleinertem Kupfer erfolgt.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Amalgamieren unter Durchströmen von zerkleinertem Kupfer und dann unter Durchmischen erfolgt.

14. Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung einen Absetzbehälter (1) für die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen, einen Reaktionsbehälter (7) für die stark schwefelsauren Lösungen nach ihrem Verweilen im Absetzbehälter und für das Zuführen des zerkleinerten Kupfermetalls und eine dem Reaktionsbehälter nachgeordnete Filtereinrichtung (14) zum Trocknen des Kupfer-Silber-Amalgams aufweist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktionsbehälter eine Abflußleitung (9) mit einem Absperrventil (10) für die stark schwefelsauren Lösungen nach dem Amalgamieren und eine Wasserzuflußleitung (12) mit einem Absperrventil (13) zum Waschen des Kupfer-Silber-Amalgams hat.

16. Vorrichtung nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Reaktionsbehälter und der Filtereinrichtung eine Transportleitung (15) mit einem Absperrventil (16) für das gewaschene Kupfer-Silber-Amalgam angeordnet ist.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung mindestens einen weiteren Reaktionsbehälter aufweist, dessen Zufluß mit dem Verweilbehälter und dessen Abfluß mit dem Reaktionsbehälter verbunden ist.

18. Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung einen Absetzbehälter (1) für die austitrierten stark schwefelsauren Lösungen, eine Reaktionssäule (21) für die stark schwefelsauren Lösungen nach ihrem Verweilen im Absetzbehälter und für das Zuführen des zerkleinerten Kupfermetalls und eine der Reaktionssäule nachgeordnete Filtereinrichtung (14) zum Trocknen des Kupfer-Silber-Amalgams aufweist.

19. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung mindestens eine weitere Reaktionssäule aufweist, deren Zufluß mit dem Absetzbehälter und deren Abfluß mit der Reaktionssäule verbunden ist.

20. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung mindestens eine zusätzliche Reaktionssäule aufweist, deren Zufluß mit dem Absetzbehälter und deren Abfluß mit dem Reaktionsbehälter verbunden ist.

21. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung mindestens einen zusätzlichen Reaktionsbehälter aufweist, dessen Zufluß mit dem Absetzbehälter und dessen Abfluß mit der Reaktionssäule verbunden ist.

22. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 18 bis

21, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionssäule ein Rohr aufweist, das Rohr mit Glaswolle locker gefüllt ist und das zerkleinerte Kupfer in der Glaswolle eingebettet ist.

23. Vorrichtung nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohr aus durchsichtigem Material besteht.

24. Vorrichtung nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionssäule im Bodenbereich einen Schieber aufweist.

— Leerseite —

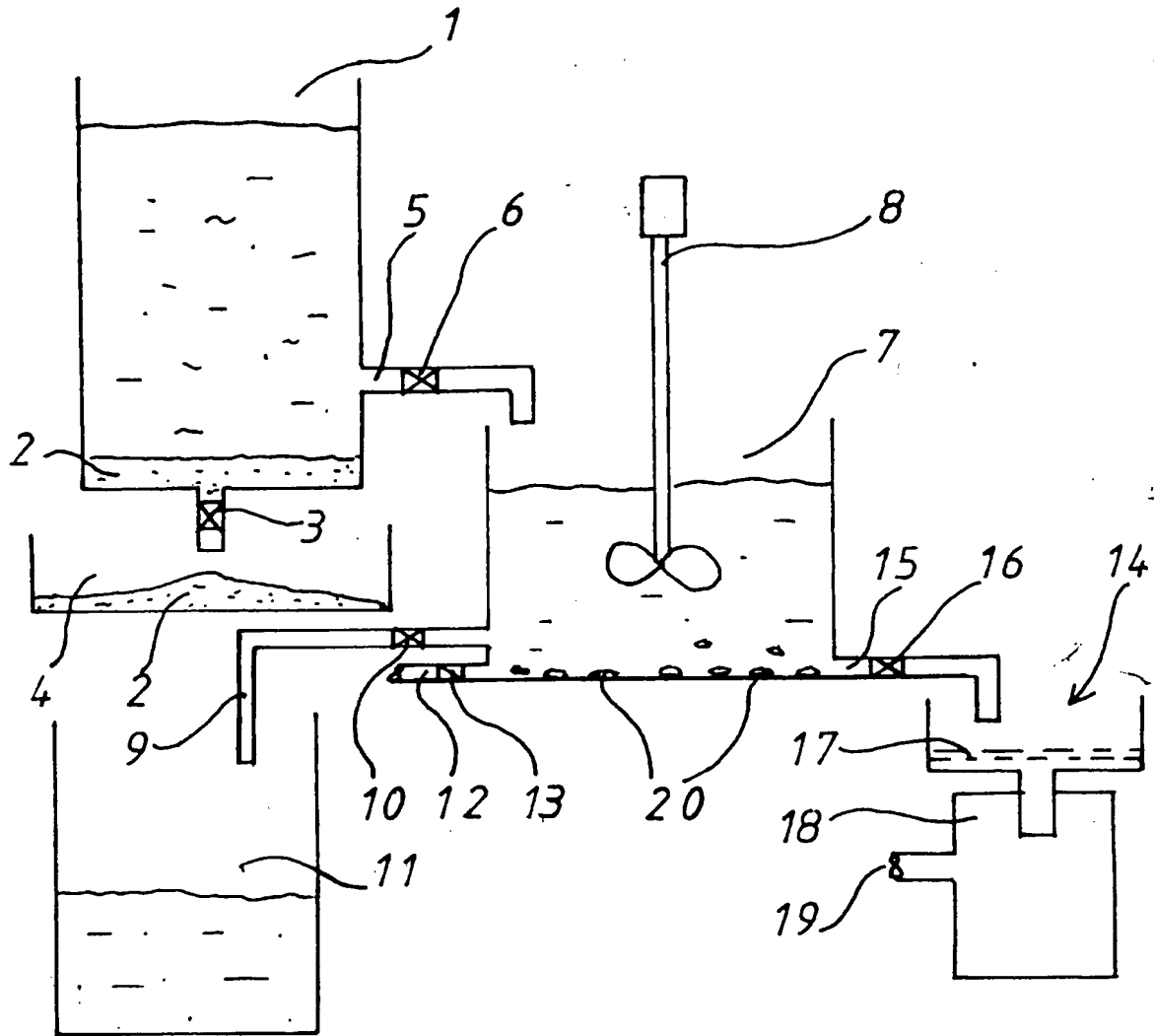
3812501

Num.:
Int. Cl.:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

38 12 501
C 22 B 3/00
15. April 1988
20. Juli 1989

FIGUR 1

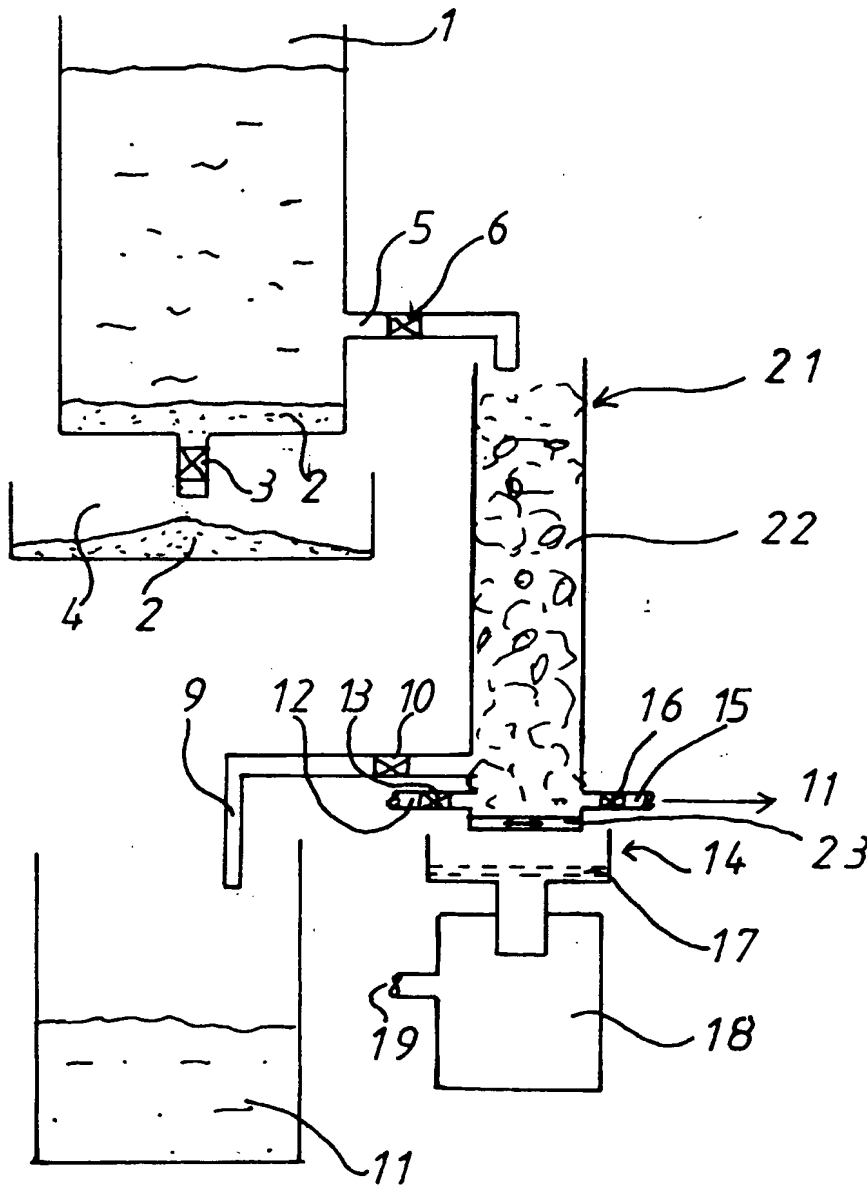
19



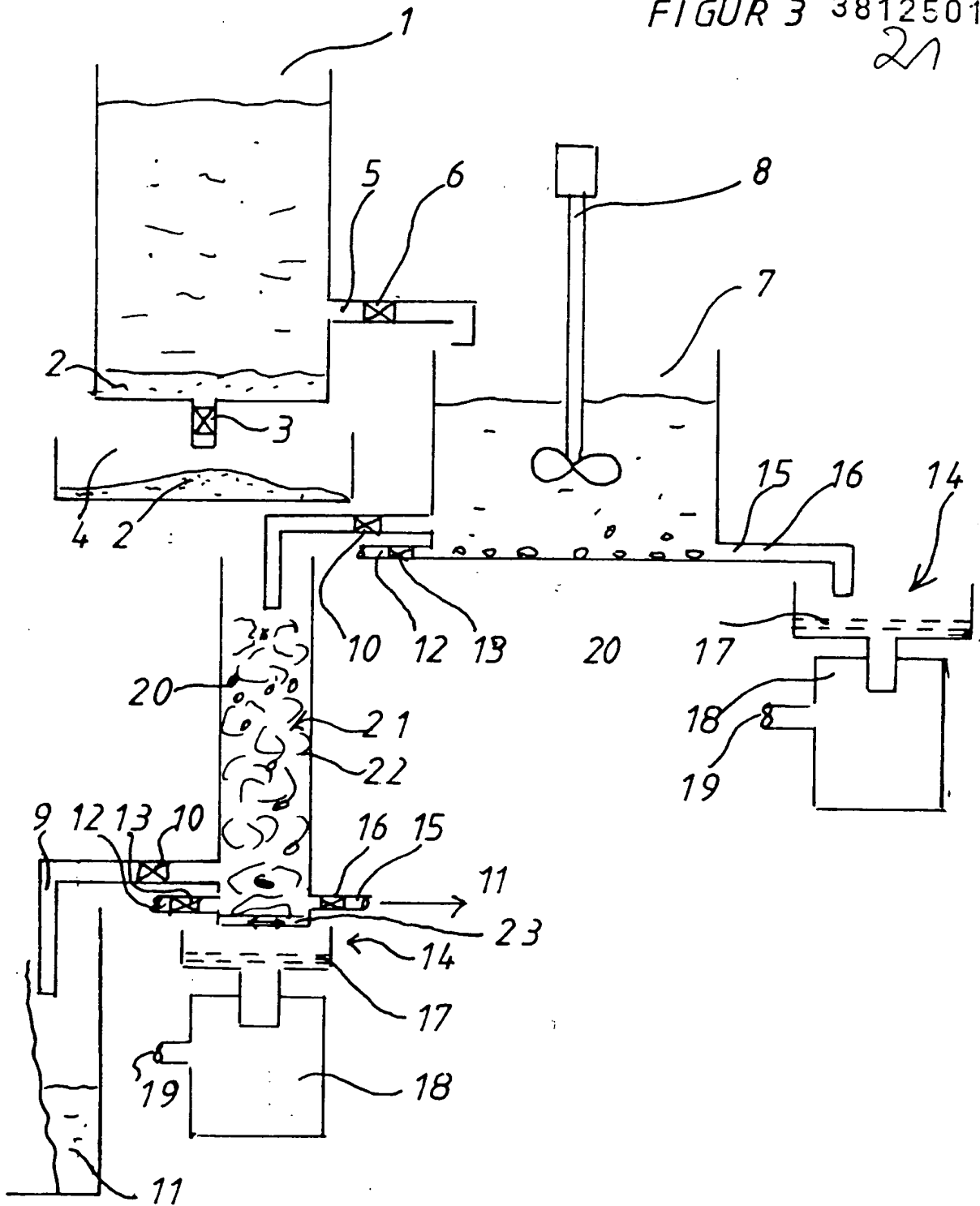
FIGUR 2

3812501

20

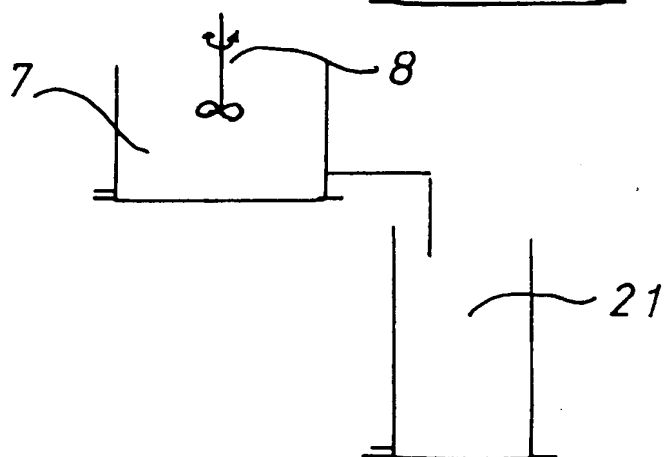
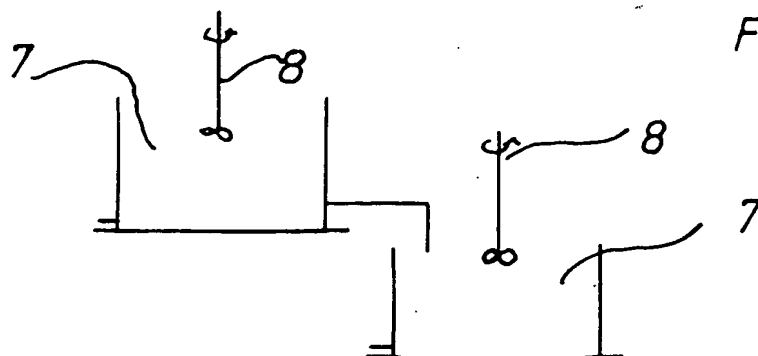


FIGUR 3 3812501
21



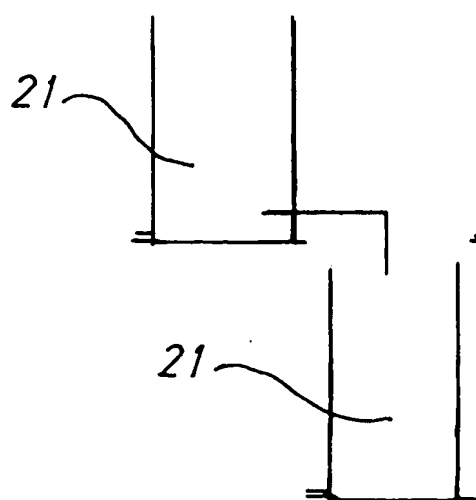
3812501 22 *

FIGUR 4a



FIGUR 4b

FIGUR 4c



FIGUR 4d

